

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number :

09-206502

(43)Date of publication of application : 12.08.1997

(51)Int.Cl.

B01D 15/00

(21)Application number : 07-323377

(71)Applicant : DAICEL CHEM IND LTD

(22)Date of filing : 12.12.1995

(72)Inventor : NAKAMATSU SHINJI

(30)Priority

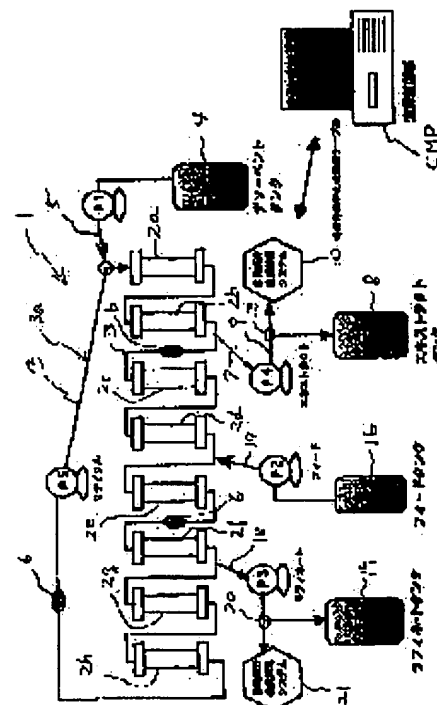
Priority number : Priority date : Priority country :

(54) PSEUDO MOVING BED TYPE SEPARATOR

(57)Abstract:

**PROBLEM TO BE SOLVED:** To precisely monitor the concentration of each zone of a pseudo moving bed by installing concentration detectors in a circulated fluid flow passage which plural packed beds in which packing materials are housed are endlessly connected to form.

**SOLUTION:** As for columns 2a-2h, any inlet thereof is connected to the outlet of the next column to form a circulated fluid flow passage. In this circulated fluid flow passage, a recycle pump 5, an eluted liquid introducing pipe 5, an extract draw-off pipe 7, a feed solution introducing pipe 17 and a raffinate draw-off pipe 18 are fitted, and switching between the introducing pipes and the draw-off pipes is done every prescribed time for each column. Piping 3 connecting the outlet of the column 2b and the inlet of the column 2c, piping 3 connecting the outlet of the column 2e and the inlet of the column 3f, and piping 3 leading to the recycle pump P5 from the outlet of the column 2h are each provided with concentration detectors 6. In this way, the concentration pattern of each zone is monitored in real time to grasp the operating conditions.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

25.06.2001

BEST AVAILABLE COPY

[Date of sending the examiner's decision of rejection] 10.09.2004

[Kind of final disposal of application other than the  
examiner's decision of rejection or application converted  
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection] 2004-21063

[Date of requesting appeal against examiner's decision of  
rejection] 12.10.2004

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平9-206502

(43)公開日 平成9年(1997)8月12日

(51) Int.Cl.<sup>8</sup>

B O 1 D 15/00

識別記号

101

庁内整理番号

FI

B 0 1 D 15/00

### 技術表示箇所

101A

審査請求 未請求 請求項の数7 O.L (全 20 頁)

(21)出願番号 特願平7-323377

(22)出願日 平成7年(1995)12月12日

(31)優先權主張番号 特願平7-314364

(32)優先日 平7(1995)12月1日

(33)優先権主張国 日本 (JP)

(71)出願人 000002901

ダイセル化学工業株式会社

大阪府堺市鉄砲町1番地

(72)発明者 永松 信二

兵庫県姫路市余部区上余部500

(72) 發明者 村角 公一

兵庫県姫路市網干区埴内南町348-4

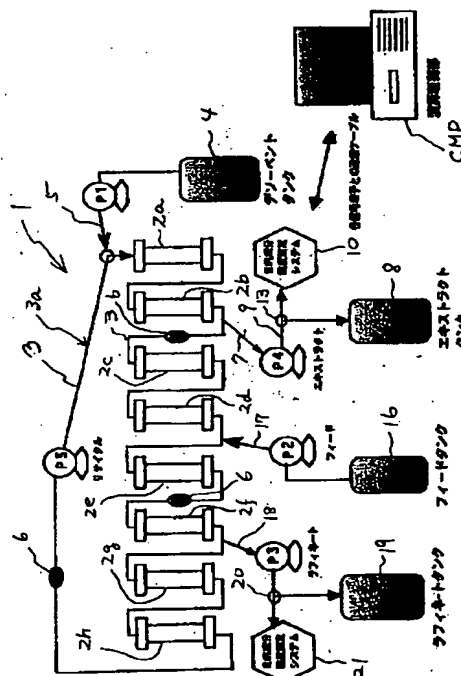
(74)代理人 弁理士 福村 直樹

(54) 【発明の名称】 擬似移動床式分離装置

(57) 【要約】

【課題】 循環流体流路中の成分の濃度分布をリアルタイムに監視可能な擬似移動床式分離装置、あるいは最適運転条件を自動決定可能な擬似移動床式分離装置を提供すること。

【解決手段】 循環流体流路中に設けられた濃度検出器、および循環流体流路からの抜き出し口に濃度測定手段を設けてなる擬似移動床式分離装置。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 分離用充填剤を収容した複数の充填床を無端状に連結し、内部に流体を一方向に強制循環させることのできる循環流体流路を形成し、この循環流体流路中に、溶離液を導入する溶離液導入口と、吸着質または強吸着質に富む溶液を抜き出すエキストラクト抜き出し口と、分離されるべき成分の混合物を含む原料溶液を導入する原料溶液導入口と、非吸着質または弱吸着質に富む溶液を抜き出すラフィネート抜き出し口とを、流体の流れの方向にこの順に設け、かつ、それぞれの導入口および抜き出し口を間欠移動させるようにしてなる擬似移動床式分離装置において、前記循環流体流路中に濃度検出器を設けてなることを特徴とする擬似移動床式分離装置。

【請求項2】 前記請求項1に記載の擬似移動床式分離装置において、エキストラクト抜き出し口から抜き出されたエキストラクト中の成分の濃度を測定する濃度測定手段およびラフィネート抜き出し口から抜き出されたラフィネート中の成分の濃度を測定する濃度測定手段のいずれか、または両方を更に備える前記請求項1に記載の擬似移動床式分離装置。

【請求項3】 分離用充填剤を収容した複数の充填床を無端状に連結し、内部に流体を一方向に強制循環させることのできる循環流体流路を形成し、この循環流体流路中に、溶離液を導入する溶離液導入口と、吸着質または強吸着質に富む溶液を抜き出すエキストラクト抜き出し口と、分離されるべき成分の混合物を含む原料溶液を導入する原料溶液導入口と、非吸着質または弱吸着質に富む溶液を抜き出すラフィネート抜き出し口とを、流体の流れの方向にこの順に設け、かつ、それぞれの導入口および抜き出し口を間欠移動させるようにしてなる擬似移動床式分離装置において、前記循環流体流路内に配置された高耐圧性の濃度検出器とそれに連動したコンピュータとを備え、擬似移動床式分離装置における変動要因により生じる目的成分の濃度変動に応じて運転条件を自動修正可能としたことを特徴とする擬似移動床式分離装置。

【請求項4】 前記請求項3に記載の擬似移動床式分離装置において、エキストラクト抜き出し口から抜き出されたエキストラクト中の成分の濃度を測定する濃度測定手段およびラフィネート抜き出し口から抜き出されたラフィネート中の成分の濃度を測定する濃度測定手段のいずれか、または両方を更に備える前記請求項3に記載の擬似移動床式分離装置。

【請求項5】 前記濃度測定手段は、所定時間毎にサンプリング手段でサンプリングされたエキストラクトまたはラフィネート中の所望成分と所望しない成分とを分離する分離手段と、それぞれの成分の濃度を測定する成分濃度測定手段とを有してなる前記請求項4に記載の擬似移動床式分離装置。

【請求項6】 前記濃度測定手段は、所定時間毎にサンプリングされたエキストラクトまたはラフィネート中の所望成分と所望しない成分との濃度を測定する複数種類の濃度検出器である前記請求項4に記載の擬似移動床式分離装置。

【請求項7】 前記濃度測定手段は、所定時間毎にサンプリングされたエキストラクトまたはラフィネート中の所望成分と所望しない成分との濃度を測定する一種類の濃度検出器である前記請求項4に記載の擬似移動床式分離装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】この発明は擬似移動床式分離装置に関し、さらに詳しくは、擬似移動床中に形成される濃度分布の全体をリアルタイムに検出可能な擬似移動床式分離装置、あるいはリアルタイムに擬似移動床式分離装置の運転状態を把握することができ、しかも不合格品を出さず、試料ロスが少なく回収効率が高く、高い生産性をもって成分分離の可能な擬似移動床式分離装置、あるいは、リアルタイムに、より正確に言うところ1サイクル毎あるいは1ステップ毎に、運転条件特に1サイクル毎の濃度（場合によっては純度）のパターン変化または1ステップ毎の濃度（場合によっては純度）のパターン変化を把握し、それらのパターン変化に関するデータをベースにして、温度、各ポンプの流量、ステップタイム等を変化させて濃度の安定した製品を連続的に分離製造することのできる擬似移動床式分離装置に関する。

## 【0002】

【従来の技術】従来の擬似移動床式分離装置を使用したクロマト分離方法は、内部に充填剤を収容した複数のカラムを直列に連結し、カラムの前端と後端とを流体通路（あるいは流体流路とも称される。）で結合することにより無端状に連結され、内部に液体が一方向に循環している充填床に、分離するべき成分の混合物である原料を含有する原料含有溶液および溶離液を導入し、同時に分離された成分を含有する液と、他の成分を含有する液とを抜き出すことから、擬似移動床式分離装置における前記充填床には、溶離液導入口、吸着されやすい物質を含有する液（エキストラクト；吸着質または強吸着質に富む溶液）の抜き出し口、原料含有溶液導入口、吸着されにくい物質を含有する液（ラフィネート；非吸着質または弱吸着質に富む溶液）の抜き出し口が液体の流れの方向に沿ってこの順序で配置され、かつこれらの導入口および抜き出し口は、循環流路内におけるこれらの相対的な位置関係を保持したまま流体の流れの方向に間欠的に逐次移動されるようになっている。

【0003】このような従来の工業用の擬似移動床式分離装置は、1967年に米国UOP（ユニバーサル・オイル・プロダクツ・カンパニー）が開発したシステムが基本になり、現在エンジニアリング各社により様々な改

10

20

30

40

50

良型擬似移動床式分離装置が開発されつつある。代表的な例は果糖やブドウ等の分離等のためのプラント例が知られている。このようなシステムの制御には通常、擬似移動床式分離装置における循環流体通路中に組み込まれている各ポンプまたは循環流体通路中に形成される各ゾーンにおける流量を正確に測定し、それらのデータをコンピュータで解析し、流量制御データをオペレータに提示することにより、運転制御を手動で行っているのが一般的である。

【0004】さらに、循環流体通路内に配置された耐圧性の低い濃度計（通常 $10\text{ kg/cm}^2$ 以下の圧力に耐える濃度計である。）によりモニタリングするシステムを有する装置も知られている。ただし、これら提案されている工業用の擬似移動床式分離装置においては、充填剤としてイオン交換樹脂、合成吸着体、無機吸着剤（たとえばゼオライト等）を使用し、これら充填剤の粒径は $200\text{ }\mu\text{m}$ 以上であることによってシステム全体の運転時の耐圧設定はおおよそ $10\text{ kg/cm}^2$ 以下になっている。したがって、これらのモニタリングシステムではHPLCレベルの充填剤（粒径としては $1\sim 100\text{ }\mu\text{m}$ ）を使用した擬似移動床式分離装置では、処理流速の関係もあるが、システム圧としては $50\text{ kg/cm}^2$ 以上になってしまうことが一般的である。なお、このような擬似移動床式分離装置ではサイクルタイムを短くしてポンプによる流速を上昇させた方が生産性が向上することが知られている。

【0005】また、現状のモニタリングシステムおよびシステム制御の方法においては、循環流路中を流通する流体の流速を厳密に制御することが望まれている。さらに、HPLCタイプの充填剤を使用する擬似移動床式分離装置においては、システム全体の温度制御および流量制御を上記の低圧システムよりもかなり厳密に行う必要がある。

【0006】しかしながら、HPLCタイプの充填剤を使用する擬似移動床式分離装置においては、連続運転時に安定した品質の製品を効率良く製造するために、現状では経験と勘とに頼って最適運転条件を決定せざるを得ない状況である。

【0007】もっとも、従来の低圧の擬似移動床式のクロマト分離におけるモニター方法の一例として、例えばエキストラクトあるいはラフィネートの抜き出し口が一定時間毎に間欠的に移動する度にその抜き出し口から排出される溶液中の溶質の濃度を測定する方法が知られている。

【0008】しかしながら、抜き出し口から排出される液の濃度は前記抜き出し口の間の移動の前後で大きく変動し、正確な濃度の変化を監視することが困難であり、また、たとえば光学異性体の分離においては、前記濃度のみの監視によっては分離の状態を正確に監視することができないという問題を有していた。

【0009】また、特開平4-131104号公報には「擬似移動床方式のクロマトグラフィの分離方法において、一方または両方の流体抜き出し口の流体成分濃度を測定して前記供給口および抜き出し口を間欠的に移動する時間を短縮あるいは延長することにより、予め定められた成分純度を調整、維持することの特徴とする擬似移動床方式の制御方法」が開示されている。

【0010】この公報に記載の制御方法においては、供給口および抜き出し口から濃度検出器までの配管が通常長いので、供給口あるいは抜き出し口で濃度を検出するとは言いながら、実はタイムラグを生じてしまっていて正確な濃度検出とはなっていない。またタイムラグの外にも、配管中を流れるエキストラクトあるいはラフィネート中で成分の拡散や対流が生じていて、この点においても正確な濃度検出をすることができないという問題がある。

【0011】このように従来の擬似移動床式クロマト分離においては、経時的に変化する濃度や光学純度を正確に把握することができず、分離の状態を迅速に判断することができないという問題を有していた。さらに、分離の状態を迅速に判断できないことから、例えば、導入口および抜き出し口を間欠的に移動する時間的間隔、循環する流体の流速、温度等の運転条件等を最適な条件に設定することが困難であり、効率的なクロマト分離を行なうことができないという問題があった。

【0012】

【発明が解決しようとする課題】この発明の目的は、擬似移動床における各ゾーン中の濃度を正確にモニタリングすることのできる擬似移動床式分離装置を提供することにある。この発明の他の目的は、液体クロマトグラフ装置を取り扱うのと同程度に簡単な操作で運転することのできる擬似移動床式分離装置を提供することにある。この発明の他の目的は、不合格品を出さず、試料のロスが少なく、高い回収率で、生産性良く成分分離を行うことのできる擬似移動床式分離装置を提供することにある。この発明の目的は、装置の操業に熟練と勘とを必要とせず、容易にかつ正確に操業することのできる擬似移動床式分離装置を提供することにある。

【0013】この発明の目的は、高圧の運転条件下であってもリアルタイムに各ゾーンの濃度パターン（純度のパターン）をモニターすることができ、容易に運転状況を把握することができ、長時間に亘って品質の安定した操業の可能な、自動制御システム組み込みの擬似移動床式分離装置を提供することにある。

【0014】この発明の他の目的は、この発明の技術的效果を奏することのできる擬似移動床式分離装置を提供することにある。

【0015】

【課題を解決するための手段】請求項1に記載の発明は、分離用充填剤を収容した複数の充填床を無端状に連

結し、内部に流体を一方に強制循環させることのできる循環流体流路を形成し、この循環流体流路中に、溶離液を導入する溶離液導入口と、吸着質または強吸着質に富む溶液を抜き出すエキストラクト抜き出し口と、分離されるべき成分の混合物を含む原料溶液を導入する原料溶液導入口と、非吸着質または弱吸着質に富む溶液を抜き出すラフィネート抜き出し口とを、流体の流れの方向にこの順に設け、かつ、それぞれの導入口および抜き出し口を間欠移動させるようにしてなる擬似移動床式分離装置において、前記循環流体流路中に濃度検出器を設けてなることを特徴とする擬似移動床式分離装置であり、請求項2に記載の発明は、前記請求項1に記載の擬似移動床式分離装置において、エキストラクト抜き出し口から抜き出されたエキストラクト中の成分の濃度を測定する濃度測定手段およびラフィネート抜き出し口から抜き出されたラフィネート中の成分の濃度を測定する濃度測定手段のいずれか、または両方を更に備える前記請求項1に記載の擬似移動床式分離装置であり、請求項3に記載の発明は、分離用充填剤を収容した複数の充填床を無端状に連結し、内部に流体を一方に強制循環させることのできる循環流体流路を形成し、この循環流体流路中に、溶離液を導入する溶離液導入口と、吸着質または強吸着質に富む溶液を抜き出すエキストラクト抜き出し口と、分離されるべき成分の混合物を含む原料溶液を導入する原料溶液導入口と、非吸着質または弱吸着質に富む溶液を抜き出すラフィネート抜き出し口とを、流体の流れの方向にこの順に設け、かつ、それぞれの導入口および抜き出し口を間欠移動させるようにしてなる擬似移動床式分離装置において、前記循環流体流路内に配置された高耐圧性の濃度検出器とそれに連動したコンピュータとを備え、擬似移動床式分離装置における変動要因により生じる目的成分の濃度変動に応じて運転条件を自動修正可能としたことを特徴とする擬似移動床式分離装置であり、請求項4に記載の発明は、前記請求項3に記載の擬似移動床式分離装置において、エキストラクト抜き出し口から抜き出されたエキストラクト中の成分の濃度を測定する濃度測定手段およびラフィネート抜き出し口から抜き出されたラフィネート中の成分の濃度を測定する濃度測定手段のいずれか、または両方を更に備える前記請求項3に記載の擬似移動床式分離装置であり、請求項5に記載の発明は、前記濃度測定手段は、所定時間毎にサンプリング手段でサンプリングされたエキストラクトまたはラフィネート中の所望成分と所望しない成分とを分離する分離手段と、それぞれの成分の濃度を測定する成分濃度測定手段とを有してなる前記請求項4に記載の擬似移動床式分離装置であり、請求項6に記載の発明は、前記濃度測定手段は、所定時間毎にサンプリングされたエキストラクトまたはラフィネート中の所望成分と所望しない成分との濃度を測定する複数種類の濃度検出器である前記請求項4に記載の擬似移動床式分離装置で

あり、請求項7に記載の発明は、前記濃度測定手段は、所定時間毎にサンプリングされたエキストラクトまたはラフィネート中の所望成分と所望しない成分との濃度を測定する一種類の濃度検出器である前記請求項4に記載の擬似移動床式分離装置である。

【0016】

【発明の実施の形態】

ー循環流体流路ー

この発明における擬似移動床式分離装置は、分離用充填剤を収容した複数の充填床を無端状に連結し、内部に流体を一方に強制循環させることのできる循環流体流路を有する。この分離用充填剤を収容した充填床は、通常、カラムと称される。そして、工業的な循環流体流路は、分離用充填剤を収容した複数のカラムが、パイプ等の配管を介して無端状に連結されることにより形成される。

【0017】カラムを利用した循環流体流路には、流体強制循環手段が設けられていて、循環流体流路中で流体を一方に強制的に循環させることができるようになっていて、この流体強制循環手段としては、流体を一方に強制的に循環させることができる限りどのような構造、型式等の手段であっても良く、たとえば、循環流体流路中に介装されたポンプを挙げることができる。また、ポンプを採用しなくても、圧力バランスを調整することにより流体を循環可能にする調圧弁の組み合わせ等も流体強制循環手段とすることもできる。

【0018】また、循環流体流路を形成するカラムとカラムとを連結する配管には、この循環流体流路中を流通する流体の流通方向に沿って、溶離液（脱離液、あるいはデソベントとも称される。）を導入する溶離液導入口と、吸着質または強吸着質に富む溶液（エキストラクトとも称される。）を抜き出すエキストラクト抜き出し口と、分離されるべき成分の混合物を含む原料溶液（フィードとも称される。）を導入する原料溶液導入口、非吸着質または弱吸着質に富む溶液（ラフィネートとも称される。）を抜き出すラフィネート抜き出し口がこの順に設けられている。

【0019】この発明の擬似移動床式分離装置は、前記溶離液導入口、エキストラクト抜き出し口、原料溶液導入口およびラフィネート抜き出し口が、この順に、しかもその相対的な位置を変えずに、循環流体の流れ方向に沿って、一定時間毎に切り替わるように形成される。この導入口および抜き出し口の切り替えには、ロータリーバルブやオン・オフの開閉バルブ等の切り替え手段が採用される。

【0020】導入口および抜き出し口を切り替えるまでの間、溶離液導入口からエキストラクト抜き出し口までの充填床では脱着ゾーンが形成され、エキストラクト抜き出し口から原料溶液導入口までの充填床では濃縮ゾーンが形成され、原料溶液導入口からラフィネート抜き出

し口までの充填床では精製ゾーンが形成され、ラフィネート抜き出し口から溶離液導入口までの充填床では吸着ゾーンが形成される。

【0021】前記脱着ゾーンでは、溶離液導入口から導入される溶離液が流体と共に充填床中を流通し、溶離液が分離用充填剤と接触すると、それまで分離用充填剤に吸着されていた吸着質成分（吸着の容易な成分であり、強吸着成分とも称される。）が充填剤から脱着され、吸着質成分または強吸着成分がエキストラクトとしてエキストラクト抜き出し口から抜き出される。この脱着ゾーンでは溶離液導入口直後のゾーンでは流体中の吸着質成分の濃度は実質的に0に近く、流体の進行方向に沿ってこのゾーン中で流体中の吸着質成分の濃度が上昇していく。

【0022】濃縮ゾーンでは、原料溶液導入口から導入された原料溶液中の非吸着質成分（吸着の困難な成分、もしくは非吸着性の成分であり、弱吸着成分とも称される。）が分離用充填剤に吸着され、吸着質成分が充填剤から脱着される。この濃縮ゾーンでは、エキストラクト抜き出し口から原料溶液導入口までの領域で、原料溶液中の非吸着質成分が分離用充填剤に吸着される一方、吸着質成分が分離用充填剤から脱着されるので、流体の進行方向に沿って、流体中の吸着質成分の濃度が上昇から減少に転じ、一方、流体中の非吸着質成分の濃度が上昇を開始する。

【0023】精製ゾーンでは、原料溶液導入口から導入された原料溶液中の吸着質成分が分離用充填剤に吸着され、分離用充填剤に吸着されていた非吸着質成分が脱着される。この精製ゾーンでは、原料溶液導入口から導入された原料液中の吸着質成分を吸着する一方、非吸着質成分を脱着する。この精製ゾーンでは、原料溶液導入口からラフィネート抜き出し口までの領域で、流体中の吸着質成分の濃度が実質的に0に近づくと共に、非吸着質成分の濃度が上昇して行き、ラフィネート抜き出し口からは高濃度の非吸着質成分を含有する液が抜き出されることになる。

【0024】吸着ゾーンでは、非吸着質成分が完全に脱着され、分離用充填剤は吸着質成分を吸着する一方、実質的に非吸着質成分も吸着質成分も含有しない溶離液だけの流体がリサイクルラインに吐出される。この吸着ゾーンでは、流体中の非吸着質成分の濃度が減少して実質的に0になる。

#### 【0025】－分離用吸着剤－

カラムには、分離するべき成分を吸着することのできる分離用充填剤が収容される。この分離用充填剤の好適例としては、液体クロマトグラム（LC）用の充填剤たとえば順相充填剤および逆相充填剤を挙げることができ、さらに好適にはHPLC用充填剤を挙げることができる。

【0026】また、好適な分離用充填剤の具体例として

10

20

30

40

50

は、たとえば各種の公知の異性体分離用充填剤を使用することができる。例えば、光学異性体分離用充填剤として、光学活性な高分子化合物、および光学分割能を有する低分子化合物を利用した光学分割用充填剤を挙げることができる。前記光学活性な高分子化合物としては、例えば多糖誘導体（セルロースやアミロースのエステルあるいはカルバメート等）、ポリアクリレート誘導体、あるいはポリアミド誘導体をシリカゲルに担持させた充填剤、またはシリカゲルを使用せずに前記ポリマーそのものを粒状にしたビーズ型充填剤およびポリマーを更に架橋させてなる架橋型充填剤等を挙げることができる。また、光学分割能を有する低分子化合物としては、例えばアミノ酸あるいはその誘導体、クラウンエーテルあるいはその誘導体、シクロデキストリンあるいはその誘導体等を挙げることができる。これら低分子化合物は、通常シリカゲル、アルミナ、ジルコニア、酸化チタン、ケイ酸塩、ケイソウ土等の無機担体、ポリウレタン、ポリスチレン、ポリアクリル酸誘導体などの有機担体に担持して使用される。

【0027】光学分割用充填剤は市販品を使用することもでき、例えばそれぞれダイセル化学工業（株）製のCHIRALCEL OB（登録商標）、CHIRALCEL OD（登録商標）、CROWPAK CR(+)（登録商標）、CHIRALCEL CA-1（登録商標）、CHIRALCEL OA（登録商標）、CHIRALCEL OK（登録商標）、CHIRALCEL OJ（登録商標）、CHIRALCEL OC（登録商標）、CHIRALCEL OF（登録商標）、CHIRALCEL OG（登録商標）、CHIRALPAK WH（登録商標）、CHIRALPAK WM（登録商標）、CHIRALPAK WE（登録商標）、CHIRALPAK OT(+)（登録商標）、CHIRALPAK OP(+)（登録商標）、CHIRALPAK AS（登録商標）、CHIRALPAK AD（登録商標）、CHIRALCEL OJ-R（登録商標）、CHIRALCEL OD-R（登録商標）等を好適例として挙げることができる。

【0028】カラム中に充填される分離用充填剤の平均粒径は、分離しようとする成分の種類、各単位カラム内に流通する溶媒の体積流通速度等に応じて様々に変化するのであるが、通常1～100 $\mu$ m、好ましくは2～50 $\mu$ mである。もっとも、擬似移動床を形成するカラム内での圧力損失を小さく抑制するのであれば、10～50 $\mu$ mに分離用充填剤の平均粒径を調整しておくのが望ましい。分離用充填剤の平均粒径が上記範囲内にあると擬似移動床における圧損を少なくすることができ、例えば50kgf/cm<sup>2</sup>以下に抑制することもできる。一方、分離用充填剤の平均粒径が大きくなればなるほど吸着理論段数は低下する。したがって、実用的な吸着理論段数が達成されることだけを考慮するなら、前記分離用充填剤の平均粒径は、通常15～75 $\mu$ mである。

#### 【0029】－溶離液－

この循環流体流路に供給される溶離液（デソベント。脱離液とも称されることがある。）としては、例えばメタノール、エタノール、イソプロパノール等のアルコー

ル類、ペンタン、ヘキサン、ヘプタン等の炭化水素類および様々な有機溶剤、さらにこれらの混合溶液、メタノール、アセトニトリルのような極性の高い有機溶剤と水およびバッファーとの混合液等を挙げることができる。この溶離液は順相系移動相として、あるいは逆相系移動相として採用されることができる。いずれの溶離液が好ましいかは、分離しようとする成分あるいは化合物の種類に応じて適宜に決定される。また、この溶離液には、添加剤としてジエチルアミンのような塩基性物質、酢酸のような酸性化合物が含まれていても良く、これら添加剤が溶離液に含有されていると、分離を改善することができる。

#### 【0030】-原料溶液-

この循環流体流路に供給される原料溶液としては、分離の必要のある溶質を有する二成分混合物等の多成分混合物であれば特に制限がなく、例えば医薬、農業、食品、飼料、香料等の分野で使用される各種の化合物例えば医薬品のサリドマイド、有機リン系の農業であるEPN、化学調味料であるグルタミン酸モノナトリウム塩、香料であるメントール等を挙げることができ、さらには光学活性なアルコール類、光学活性なエステル類等々を挙げることができる。また、前記溶質としてはたとえば光学異性体、位置異性体、ある観点よりして必要な成分と不必要な成分との混合物等である。また、この発明においては、溶質は分離されるべき複数成分たとえば3成分、4成分等の多成分混合物であっても良い。多成分混合物の場合、この発明の擬似移動床式分離装置を用いて必要な一成分を分離するには、必要な一成分を含有するグループと必要な成分を含有しないグループとに分離し、次いで前記必要な一成分を含有するグループをその必要な一成分を含有する小グループと他の小グループとに分離し、というように二つのグループに分ける操作を所定回数繰り返すことにより必要な成分を分離することができる。また、擬似移動床式分離装置以外の分離装置を利用したバッチ操作とこの発明の擬似移動床式分離装置とを利用して多成分混合物から必要な一成分を分離することもできる。

#### 【0031】-循環流体流路中の濃度検出器-

この発明の擬似移動床式分離装置においては、前記循環流体流路中に、少なくとも1基の濃度検出器が設けられる。

【0032】濃度検出器は、循環流体流路中を流通する溶液中の溶質の濃度を検出することができる手段である。なお、濃度なる概念は、一般にある対象物における特定物の存在量を示す割合である。したがって、状況に応じて、あるいは場合に応じて、濃度という語は純度という語に置き換えて理解されることができる。

【0033】前記濃度検出器としては、たとえば電磁波利用の濃度検出器、音響学的濃度検出器、電気的濃度検出器、磁氣的濃度検出器等が挙げられ、具体的には、近

紫外線、紫外線、可視光線、赤外線、遠赤外線等の電磁波を利用した濃度検出器、示差屈折計、濁度計、超音波を利用した濃度検出器、イオン電極を利用した濃度検出器、pH計を利用した濃度検出器、旋光計を利用した濃度検出器などを挙げることができる。

【0034】いずれの濃度検出器を採用するかは溶質の種類に応じて決定される。濃度検出器として、たとえば、溶質が電磁波に対して特異的な吸収パターンを有する場合にはUV検出器、IR検出器、蛍光検出器、色センサー、LED検出器等の様々な種類の検出器を被測定物に応じて採用することができる。また、溶質が運転条件においてイオン性を示す場合にはpHメータ、伝導度検出器、電気化学検出器等を採用することができる。さらに前記以外の特性を有しない溶質たとえば糖、脂質であって前記のような検出器では検出することができない溶質については、たとえば示差屈折計、超音波検出器、濁度計等を採用するのが良い。この発明においては、いずれの濃度検出器を採用するにしても、循環流体流路内に濃度検出器を設置するときには、低くとも50kg/cm<sup>2</sup>の圧力に耐えることのできる高耐圧性の濃度検出器であることが望ましく、特に低くとも100kg/cm<sup>2</sup>の圧力、さらには100~500kg/cm<sup>2</sup>の圧力に耐えることのできる高耐圧性の濃度検出器であることが望ましい。

【0035】この濃度検出器が設けられる箇所は、カラム中であっても良いが、好ましいのはカラムとカラムとを連結する配管中に設けられる。また、濃度検出器の設置個数は複数であっても良い。一般的に言うところ、濃度検出器の設置個数が多くなればなるほど、循環流体流路中を循環する溶液の濃度の分布を短時間で測定することができ、リアルタイムの濃度を容易に把握することができる。とはいえ、工業的には、通常1個、2個あるいは3個の濃度検出器が循環流体流路中、特にカラムとカラムとの間の配管に設けられる。

【0036】カラム間に設置する濃度検出器は、場合によっては純度検出器として機能することもある。たとえば、この発明に係る擬似移動床式分離装置を利用して光学異性体を分離する場合に、カラム間に濃度検出器として旋光計を設置するとき、光学異性体は互いに異なる旋光性を有することにより、各カラム内の各光学異性体の純度を算出することができる。また、カラム間に設置する濃度検出器としてUV-多波長検出器を採用すると、分離対象化合物のUVパターンが異なる場合には、2点以上の吸収強度からそれぞれの純度を算出することもできる。このUV多波長検出器は、一種類の検出器で複数の溶質の濃度あるいは純度を検出することのできる検出器の例である。

【0037】カラム間に設置する濃度検出器の個数が複数である場合に、それら濃度検出器を互いに近接した位置に設置され、それらの濃度検出器の種類が相違する



と、それらのデータを解析することにより純度を算出することができる。たとえば、必要成分の化合物のみが蛍光等の特殊な吸収を有している場合に、全体の濃度をある濃度検出器で測定し、他の濃度検出器である蛍光検出器により測定された蛍光強度から必要成分の濃度を算出し、これにより必要成分の純度を算出することもできる。

【0038】なお、濃度検出器は、カラム間に設置されることのほかに、ラフィネート抜き出し口、エキストラクト抜き出し口、あるいは場合によりリサイクルライン（これは、第1番目のカラムと最終番目のカラムとを連絡する流路である。）に濃度検出器を更に設けると、運転条件の制御の精度および信頼性を向上させることができる。いずれの抜き出し口あるいはリサイクルラインに何個の濃度検出器を設置するべきかは、分離の難易およびコストの関係で決定される。

【0039】この発明における擬似移動床式分離装置においては、前記濃度検出器から出力される検出信号は演算制御部に出力される。

【0040】演算制御部においては、濃度検出器から出力されるデータにより溶質の濃度が計算される。たとえば、濃度検出器が循環流体流路中に1個設置されている場合には、各導入口および抜き出し口の位置を所定時間毎に切り替える度に、濃度検出器により溶質の濃度を検出し、切り替えの1サイクル毎にデータが修正される。濃度検出器が複数個設置されている場合には、その修正に要する時間が短くなり、各ゾーン（各カラム）の濃度分布（溶質のトータル濃度、目的化合物の濃度あるいは不要物の濃度）に関する情報がよりリアルタイムに得ることができるという利点がある。さらに、ラフィネート、エキストラクトおよびリサイクルラインに設けられた濃度検出器からより具体的なマテリアルバランスを即座に知ることができる。

【0041】この発明においては、これらの情報が演算制御部で処理され、表示装置たとえばCRT等に表示される。しかも、この発明においては、その表示装置にて濃度の変動を表示するのみならず、いくつかの変動を修復するための情報を表示し、あるいは自動的に運転条件を変更して各カラムあるいは各ゾーン内の濃度パターンを修復することができる。この演算制御部、表示装置などを組み込んだ組織として通常のコンピュータを挙げることができる。コンピュータには、中央演算処理装置、記憶装置、記憶装置が含まれていて、上述の演算制御部における処理を容易に実行することができる。

【0042】演算制御部は、運転条件を変更する場合に、通常、数サイクルの運転状況をモニターしつつオペレータに対し正常、注意、警告の3段階の情報を送ることができる。

【0043】この発明者の検討によると、各ゾーンの変動は、ごくわずかな温度変動、流速変動で崩れるような

場合に10サイクル程度のモニターでは説明できない程の長時間の後に（たとえば20サイクル〜200サイクルの運転後に）その影響を受けることがあることが判明した。また、運転開始時の濃度変化（純度変化）には原料溶液毎に様々なパターンがある。たとえば平衡状態に達するまでにかなりの時間が必要な原料溶液がある。これらは、カラム内に高濃度の原料溶液が滞留し、あるいはその過渡的平衡状態に置かれることにより、分離用充填剤と原料溶液との相互作用および原料溶液内の様々な化合物間の相互作用等が複雑に絡みあって起こると考えられる。

【0044】したがって、この擬似移動床式分離装置の運転制御の手法も様々な方法および変更条件幅が要求される。

【0045】この発明においては、これら原料溶液によるゾーン変動の多様性に対応するべくある濃度（純度）にセットポイント（閾値）を設定し、各制御因子に対して変動幅が設定される。この発明者の検討によると、たとえば粒子径20 $\mu$ mの分離用充填剤による長期運転結果から、ある程度長期間の運転を行って変動要因を解析することにより、このセットポイントおよび制御因子の変動幅が限定されるようになることを見出した。この知見により、微粒子たとえば粒径1〜100 $\mu$ mの分離用充填剤を有するカラムを備えた擬似移動床式分離装置の運転においては、かなり高精度の流速制御、温度制御が要求されるのであるが、ある程度たとえば温度が $\pm 3^{\circ}\text{C}$ の変動をするような環境下であっても、この発明においては、安定にかつ効率的に連続運転を行うことができる。

【0046】この発明においては、演算制御部により溶質の濃度が演算されると、その演算結果に応じて、運転条件を制御するための指令信号が出力される。この指令信号としては、各ポンプの流量変更、カラムの温度変更（たとえばカラム温度および循環流通流路に投入される溶液たとえば原料溶液の温度等の変更）、カラムへの流体の投入および抜き出しの切り替え時間（ステップタイム）の変更等が挙げられる。それらはそれぞれ最適の変更幅によって制御される。

【0047】—濃度測定手段—

この発明の好適な擬似移動床式分離装置は、さらに濃度測定手段を備える。

【0048】この濃度測定手段は、エキストラクトおよびラフィネートのいずれかあるいは両方における溶液中の成分の濃度および純度を測定するように仕組まれる。このような濃度測定手段は、エキストラクトについて言うと、エキストラクト抜き出し口から抜き出されるエキストラクトからサンプリング手段で採取された所定量の試料中の溶質の濃度および純度を測定する成分濃度測定手段で形成することができる。また、ラフィネートにつ

き出されるラフィネートからサンプリング手段で採取された所定量の試料中の溶質の濃度および純度を測定する成分濃度測定手段で形成することができる。また、濃度測定手段は、エキストラクトおよびラフィネートのいずれかだけに関して設けられても良いが、この擬似移動床式分離装置の運転状態を正確に把握して効率的な運転を行うには、エキストラクトおよびラフィネートのいずれについてもこの濃度測定手段を設けるのが好ましい。

【0049】前記サンプリング手段としては、エキストラクト抜き出し口から抜き出されたエキストラクトあるいはラフィネート抜き出し口から抜き出されたラフィネートから所定量の試料液を抜き取ることでできる手段であれば良い。このサンプリング手段の好適例として、たとえば、エキストラクトの抜き出し口またはラフィネートの抜き出し口に結合された配管と、この配管に結合された六方切り替えバルブと、この六方切り替えバルブに結合されたサンプル管と、この六方切り替えバルブに結合されたポンプを有する流体押出手段とを有する装置が挙げられる。このようなサンプリング手段においては、六方切り替えバルブの切り替えにより、エキストラクトまたはラフィネートの抜き出し口からエキストラクトまたはラフィネートの所定量をサンプリング管中に取り込み、六方切り替えバルブの切り替えにより、サンプル管中に採取されたエキストラクトまたはラフィネートの所定量を押し出すことができる。

【0050】成分濃度測定手段は、エキストラクトおよびラフィネートそれぞれ、あるいはいずれか一方からサンプリングされた試料中の溶質の濃度および純度を測定する手段である。エキストラクトおよびラフィネート中に含まれる溶質が一種類であるという場合もあるが、工業的な状況下では必ず複数の成分が溶質としてエキストラクトまたはラフィネート中に含まれている。たとえば、光学異性体の混合物たとえばD体とL体とを含有する原料溶液であるときには、たとえばエキストラクト抜き出し口からD体含有溶液としてエキストラクトを抜き出し、ラフィネート抜き出し口からL体含有溶液としてラフィネートを抜き出す場合、そのエキストラクト中には不純物とD体とが溶質として含まれている。

【0051】したがって、(1) この成分濃度測定手段においては、試料中の溶質を必要成分と不要成分とに分離し、分離された各成分の濃度を測定することにより必要成分(場合により目的成分と称されることがある。)の濃度および純度が測定され、あるいは(2) 物理的に試料中の溶質を必要成分と不要成分とに分離しなくても、必要成分の特定の特性に着目してその必要成分の濃度を測定し、不要成分の特定の特性に着目してその不要成分の濃度を測定することにより、つまり二種類以上の異なる濃度検出器で濃度を測定することにより必要成分の濃度および純度が測定される。

【0052】成分濃度測定手段において、試料中の複数

の溶質を物理的に分離するには、分離手段が採用される。この分離手段としては、たとえばカラム分離装置、HPLC分離装置、GC分離装置、IR分離装置、キャピラリー電気泳動分離装置等の分離装置が挙げられる。

【0053】この発明においては、これらの分離手段は、ラフィネート抜き出し口およびエキストラクト抜き出し口に連動されていて、濃度および目的成分の純度を測定するために使用される。一般に好適なのは、この発明の擬似移動床式分離装置に使用されたのと同じ充填剤であって、しかも短時間で分離可能な粒径の小さい、たとえば1~10 $\mu$ mの充填剤が充填された高性能HPLCカラム分離装置が好ましい。

【0054】前記分離装置により分離された各溶質の濃度は、循環流体流路中に配置される濃度検出器と同様の濃度検出器により測定される。濃度検出器としては、たとえば電磁波利用の濃度検出器、音響学的濃度検出器、電気的濃度検出器、磁氣的濃度検出器等が挙げられ、具体的には、近紫外線、紫外線、可視光線、赤外線、遠赤外線等の電磁波を利用した濃度検出器、示差屈折計、濁度計、超音波を利用した濃度検出器、イオン電極を利用した濃度検出器、pH計を利用した濃度検出器、旋光計を利用した濃度検出器などを挙げることができる。いずれの濃度検出器を採用するかは溶質の種類に応じて決定される。

【0055】成分濃度測定手段として、溶質の物理的な分離を行う分離手段を採用しない場合には、複数種類の濃度検出器の組み合わせ、あるいは複数の溶質の濃度を一挙に測定することのできる一種の濃度検出器が採用される。複数の濃度検出器の組み合わせの場合、一方の濃度検出器で特定溶質の濃度を測定し、他方の濃度検出器で他の溶質の濃度を測定することになり、一種の濃度検出器の場合には、その濃度検出器で複数の溶質の濃度が測定される。

【0056】濃度として光学異性体の純度を測定するのであれば、好ましい濃度検出器として旋光計を挙げることができる。また、複数種類の濃度検出器を組み合わせる場合、たとえば、赤外線分光光度計と紫外線分光光度計とを組み合わせ、ある特定成分については赤外線分光光度計で濃度の測定をし、他の特定成分については赤外線分光光度計および紫外線分光光度計で濃度の測定をするようにして純度を決定することができる。

【0057】成分濃度測定手段で測定された特定成分の濃度(場合により純度)に関するデータが演算制御部に出力される。

【0058】演算制御部においては、前述した濃度検出器から出力される濃度データおよび濃度測定手段から出力される濃度データに基づいて擬似移動床式分離装置の運転制御内容を決定する。

【0059】循環流路中に設置された濃度検出器から出力される濃度データと濃度測定手段から出力される濃度

データとに基づく演算制御部による制御と、前述した濃度検出器から出力される濃度データに基づく演算制御部による制御とは、異なる。

【0060】濃度検出器および濃度測定手段から出力される二種の濃度データに基づく演算制御部による制御では、先ず、濃度検出器から出力される濃度データを演算制御部は監視する。そして、たとえば濃度検出器から出力される濃度データにより決定される特定成分の濃度が経時的に測定され、エキストラクトまたはラフィネートの抜き出し口が切り替わった時点（ステップタイム毎）における濃度をベースとしてそのベースの濃度からある閾値までの時間を設定することによりゾーン変動をモニターする。一般に、ラフィネート抜き出し口側では切り＊

＊替わった時点で濃度は0に近く、時間の経過と共に濃度が上昇し、切り替わる寸前において一番濃度が高くなる。エキストラクト抜き出し口側では、濃度は切り替わった時点で最大であり、時間と共に濃度が低下する。濃度検出器に基づいて検出された濃度値が所定の閾値に達するまでの時間と濃度測定手段から出力される純度とにより、演算制御手段は、ラフィネートに関しては表1に示されるような制御命令を出力し、エキストラクトに関しては表2に示されるような制御命令を出力することができる。

【0061】

【0062】

【表1】

ラフィネートの制御

濃度が閾値に達するまでの時間	純度が所定の閾値に達したか否か（可否）	制御内容
時間が短い	純度合格	①デソベントポンプの流量を多くする。 ②エキストラクトポンプの流量を少なくする。 ③ステップタイムを長くする。 ④循環流路中の流体の温度を上昇させる。 ⑤フィードポンプの流量を多くする。 ⑥リサイクルポンプの流量を多くする。
時間が短い	純度不合格	①デソベントポンプの流量を少なくする。 ②エキストラクトポンプの流量を多くする。 ③ステップタイムの短くする。 ④循環流路中の流体温度を下降させる。 ⑤フィードポンプの流量を少なくする。 ⑥リサイクルポンプの流量を少なくする。
時間が長い	純度不合格	①デソベントポンプの流量を少なくする。 ②エキストラクトポンプの流量を多くする。 ③ステップタイムを短くする。 ④循環流路中の流体温度を下げる。 ⑤リサイクルポンプの流量を少なくする。
時間が長い	純度合格	①デソベントポンプの流量を多くする。 ②エキストラクトポンプの流量を少なくする。 ③ステップタイムを長くする。 ④循環流路中の流体温度を上昇させる。 ⑤フィードポンプの流量を多くする。 ⑥リサイクルポンプの流量を多くする。

【0063】

【表2】

濃度が閾値に達するまでの時間	純度が所定の閾値に達したか否か（合否）	制御内容
時間が短い	純度合格	①デソベントポンプの流量を少なくする。 ②エキストラクトポンプの流量を多くする。 ③ステップタイムを短くする。 ④循環流路中の流体の温度を下げる。 ⑤フィードポンプの流量を多くする。 ⑥リサイクルポンプの流量を少なくする。
時間が短い	純度不合格	①デソベントポンプの流量を多くする。 ②エキストラクトポンプの流量を少なくする。 ③ステップタイムの長くする。 ④循環流路中の流体温度を上昇させる。 ⑤フィードポンプの流量を少なくする。 ⑥リサイクルポンプの流量を多くする。
時間が長い	純度不合格	①デソベントポンプの流量を多くする。 ②エキストラクトポンプの流量を少なくする。 ③ステップタイムを長くする。 ④循環流路中の流体温度を上げる。 ⑤フィードポンプの流量を少なくする。 ⑥リサイクルポンプの流量を多くする。
時間が長い	純度合格	①デソベントポンプの流量を少なくする。 ②エキストラクトポンプの流量を少なくする。 ③ステップタイムを短くする。 ④循環流路中の流体温度を下げる。 ⑤フィードポンプの流量を多くする。 ⑥リサイクルポンプの流量を少なくする。

【0064】表1および表2において、「温度が閾値（セットポイント）に達するまでの時間」は予め設定される時間である。このセットポイントの値は対象物質によって相違するのであるが、ラフィネート中の成分およびエキストラクト中の成分の純度および濃度の関係と循環流体流路における濃度（純度）のパターンとの相関を解析することにより決定されることができる。また、それらの相関は、実際の長期間のランニング中に生じる様々なシステム変動によってもたらされる各カラム（ゾーン）内の濃度変動と製品純度との関係を解析することによりパターン識別等の手法により更に精度を上げることができる。これらのデータは、演算制御部における記憶手段で記憶されることにより、最終的には自動的にシステム変動に対処することができる。セットポイントに達するまでの時間がどのような時間長さかは、分離しようとする対象物の種類、擬似移動床式分離装置の運転方法や規模等に応じて適宜に決定される。表1および表2において、「純度が所定の閾値に達したか否か」における閾値は予め設定された値であり、分離しようとする対象物の種類や擬似移動床式分離装置の規模等に応じて適宜に決定される。

30 【0065】この発明に係る擬似移動床式分離装置においては、前記演算制御部により把握される循環流路内を流通する流体中の所定成分の濃度分布を表示し、また純度を表示することのできる表示手段を備えていると、好都合である。

【0066】表示手段としては、プリンター、CRTなどが挙げられる。たとえばCRTの表示画面に循環流路内の濃度分布をグラフとして表示できると、視覚的に容易に状況を把握することができて便利である。

40 【0067】

【実施例】以下、本発明について詳説する。

【0068】図1に示すように、この発明の一実施例である擬似移動床式分離装置1は、第1～第8カラム（単位充填床とも称される。）2a～2hを有する。各カラムは、その入り口が隣のカラムの出口に配管で結合され、またその出口がその隣のカラムの入り口に配管で結合され、全体として無端状に結合された循環流体流路が形成される。この循環流体流路には、流体を強制的に循環させるリサイクルポンプ、溶離液を導入する溶離液導入管、エキストラクトを抜き出すエキストラクト抜き出

50

し管、原料溶液（フィード）を導入する原料溶液導入管、およびラフィネートを抜き出すラフィネート抜き出し管が取り付けられ、これらの導入管および抜き出し管が所定時間毎にカラム 1 基分毎に切り替えられるようになっている。

【0069】図 1 に示される擬似移動床式分離装置 1 は、ある時点での切り替え状態が示される。ある時点の状態において、たとえば第 8 カラムの出口と第 1 カラムの入口とが配管 3 で結合される。この第 8 カラム 2 h の出口から第 1 カラム 2 a の入口までの配管 3 には、循環流体流路中で、第 8 カラム 2 h から第 1 カラム 2 a に向かって強制的に流体を流通させるリサイクルポンプ P 5 が設置される。図 1 においては、第 8 カラム 2 h の出口から第 1 カラム 2 a の入り口までが連結され、途中にリサイクルポンプ P 5 を介装するところの配管 3 が、特にリサイクルライン 3 a と称される。一般的に言うと、リサイクルラインは吸着ゾーンを形成する末端カラムの出口から、脱着ゾーンを形成する先端カラムの入り口までを連絡する流体流路を言う。このリサイクルポンプ P 5 から送出された流体が第 1 カラム 2 a の入口に到達するまでのリサイクルライン 3 a の途中には、デソベントタンク 4 中の溶離液（デソベント）をデソベントポンプ P 1 を介してリサイクルライン 3 a 中に導入する溶離液導入管 5 が結合される。

【0070】この循環流体流路には、溶離液導入口切り換え手段（図示せず。）が設けられていて、この溶離液導入口切り換え手段により、溶離液導入管 5 における溶離液導入口が第 1 カラム 2 a の入口から第 2 カラム 2 b の入口へ、第 2 カラム 2 b の入口から第 3 カラム 2 c の入口へと、所定時間毎に切り替わるようになっている。

【0071】この溶離液導入口切り換え手段は、この実施例においてはロータリーバルブにより形成される。

【0072】図 1 に示されるように、第 2 カラム 2 b の出口と第 3 カラム 2 c の入口とを結合する配管 3、第 5 カラム 2 e の出口と第 6 カラム 2 f の入口とを結合する配管 3 および第 8 カラム 2 h の出口からリサイクルポンプ P 5 に到る配管 3 にはそれぞれ、濃度検出器が設置される。図 2 に示されるように、配管 3 には、濃度検出器として第 1 UV 検出器 UV D<sub>1</sub> が配置される。この第 1 UV 検出器 UV D<sub>1</sub> からは電気信号である検出信号が演算制御部 CMP（図 1 参照）に出力される。

【0073】ここで、配管 3 中を流通する流体に、石英セル等を介して特定波長の紫外線を照射し、特定成分たとえば弱吸着成分の濃度に応じた特定波長の透過光量の減衰を検出することにより弱吸着成分の濃度に対応する電気信号を出力することができる機能を有する限り、第 1 UV 検出器 UV D<sub>1</sub> はその構造、種類、型式等については制限がなく、例えば、公知の液体クロマトグラフィー用の UV 検出器などを好適に使用することができる。

【0074】図 1 に示されるように、第 3 カラム 2 c の

出口と第 4 カラム 2 d の入口とを結合する配管 3 にはエキストラクト抜き出し管 7 が結合され、エキストラクト抜き出し管 7 から抜き出されたエキストラクトはエキストラクト抜き出しポンプ P 4 を介してエキストラクトタンク 8 に送出されるようになっている。

【0075】この循環流体流路には、エキストラクト抜き出し口切り換え手段（図示せず。）が設けられていて、このエキストラクト抜き出し口切り換え手段により、エキストラクト抜き出し管 7 の配管 3 への接続が、第 3 カラム 2 c の出口と第 4 カラム 2 d の入口までの配管 3 から、第 4 カラム 2 d の出口から第 5 カラム 2 e の入口までの配管 3 へと、順次に所定時間毎に切り替わるようになっている。

【0076】このエキストラクト抜き出し口切り換え手段は、この実施例においてはロータリーバルブにより形成される。

【0077】このエキストラクト抜き出し管 7 の、エキストラクト抜き出しポンプ P 4 とエキストラクトタンク 8 との途中には、六方切り換えバルブ 13（図 3 を参照）を介して、エキストラクトにおける目的成分濃度測定システム 10 が設けられる。

【0078】この目的成分濃度測定システム 10 は、エキストラクト中の必要成分の濃度を測定するところの、この発明における成分濃度測定手段である。この実施例においては、この目的成分濃度システム 10 は、図 3 に示されるように、サンプリング手段 11 により採取されたエキストラクト中の成分を分離する分離手段である第 1 分離カラム 12、エキストラクト中の各成分の濃度を測定する濃度測定手段である第 2 UV 検出器 UV D<sub>2</sub> が設けられる。

【0079】このサンプリング手段 11 は、エキストラクト抜き出しポンプ P 4 から吐出されたエキストラクトを流通させる配管 9 と、この配管 9 に結合された六方切り換えバルブ 13 と、この六方切り換えバルブ 13 に結合されたサンプル管 14 と、この六方切り換えバルブ 13 に結合されたポンプ 15 とを有する。このサンプリング手段 11 においては、図 4 に示されるように、六方切り換えバルブ 13 を切り替えて、配管 9、六方切り換えバルブ 13、サンプル管 14 とが連通するようにしておく。そうすると、エキストラクト抜き出し管 7 を通じて流通するエキストラクトがサンプル管 14 に装填される。その後、図 3 に示されるように、六方切り換えバルブ 13 を切り替えて、ポンプ 15 により、サンプル管 14 中のエキストラクトを第 1 分離カラム 15 に押し流す。

【0080】第 1 分離カラム 12 は、エキストラクト中の特定成分を分離するに好適な分離用充填剤を装填し、好適な分離用充填剤としては、通常、第 1～8 カラム 2 a～2 h に充填されたのと同様の分離充填剤を採用することができる。

【0081】この第1分離カラム12中にエキストラクトを通過させると、たとえば図5に示されるように、エキストラクト中の目的成分（必要成分であり、吸着性ないし強吸着性である。）と非目的成分（不要成分であり、弱吸着性ないし非吸着性である。）とに分離される。エキストラクト中の不要成分が最初に分離され、この不要成分の後に必要成分が分離される。

【0082】そこで、第2 UV 検出器 UV D<sub>2</sub> は、エキストラクトから分離された各成分に UV 光を照射し、前記各成分（必要成分と不要成分）の濃度に応じた電気信号を出力することができる機能を有する。

【0083】この実施例に係る擬似移動床式分離装置1においては、図1に示されるように、第4カラム2dの出口と第5カラム2eの入口とを連通する配管3には、原料溶液を貯留するフィードタンク16から、フィードポンプP2を介して、原料溶液を導入する原料溶液導入管17が結合されている。

【0084】この循環流体流路には、原料溶液導入口切り換え手段（図示せず。）が設けられていて、この原料溶液導入口切り換え手段により、原料溶液導入管17の配管3への接続が、第4カラム2dの出口と第5カラム2eの入口までの配管3から、第5カラム2eの出口から第6カラム2fの入口までの配管3へと、順次に所定時間毎に切り替わるようになっている。

【0085】この原料溶液導入口切り換え手段は、この実施例においてはロータリーバルブにより形成される。

【0086】図1に示されるように、第6カラム2fの出口と第7カラム2gの入口とを結合する配管3にはラフィネート抜き出し管18が結合され、ラフィネート抜き出し管18から抜き出されたラフィネートはラフィネート抜き出しポンプP3を介してラフィネートタンク19に送出されるようになっている。

【0087】この循環流体流路には、ラフィネート抜き出し口切り換え手段（図示せず。）が設けられていて、このラフィネート抜き出し口切り換え手段により、ラフィネート抜き出し管18の配管3への接続が、第6カラム2fの出口と第7カラム2gの入口までの配管3から、第7カラム2gの出口から第8カラム2hの入口までの配管3へと、順次に所定時間毎に切り替わるようになっている。

【0088】このラフィネート抜き出し口切り換え手段は、この実施例においてはロータリーバルブにより形成される。

【0089】このラフィネート抜き出し管18の、ラフィネート抜き出しポンプP3とラフィネートタンク19との途中には、六方切り換えバルブ20を介して、ラフィネートについての目的成分濃度測定システム21が設けられる。

【0090】この目的成分濃度測定システム21は、ラフィネート中の必要成分の濃度を測定するところの、こ

の発明における成分濃度測定手段である。この実施例においては、この目的成分濃度システム21は、エキストラクト中の必要成分の濃度を測定する目的成分濃度測定システム10の構成と同様に、サンプリング手段により採取されたラフィネート中の成分を分離する分離手段である第2分離カラム（図示せず。）、ラフィネート中の各成分の濃度を測定する濃度測定手段である第3 UV 検出器（図示せず。）設けられる。

【0091】このサンプリング手段、第2分離カラムおよび第3 UV 検出器の構造およびそれらの結合関係は、エキストラクト中の必要成分の濃度を測定する目的成分濃度測定システム10におけるのと同様であるからその詳細な説明を省略する。

【0092】なお、第2分離カラムは、ラフィネート中の特定成分を分離するに好適な分離用充填剤を装填し、好適な分離用充填剤としては、通常、第1～8カラム2a～2hに充填されたのと同様の分離充填剤を採用することができる。

【0093】この第2分離カラム中にラフィネートを通過させると、たとえば図6に示されるように、ラフィネート中の目的成分（必要成分であり、非吸着性ないし弱吸着性である。）と非目的成分（不要成分であり、吸着性ないし強吸着性である。）とに分離される。

【0094】そこで、第3 UV 検出器は、ラフィネートから分離された各成分に UV 光を照射し、前記各成分（必要成分と不要成分）の濃度に応じた電気信号を出力することができる機能を有する。

【0095】図1に示す擬似移動層式クロマトグラフ装置においては、図7に示されるように4種のゾーンが形成される。

【0096】この3種のゾーンにおいては、たとえば吸着ゾーンでは、流体の流速  $U_1$  はリサイクルライン3a中の流体の流速  $U_R$  と導入される溶離液の流速  $U_D$  との和すなわち  $U_1 = U_R + U_D$  であり、濃縮ゾーンにおける流体の流速  $U_2$  は脱着ゾーン中の流体の流速  $U_1$  からエキストラクト抜き出し口から抜き出される流体の抜き出し流速  $U_E$  を引いた値、すなわち  $U_2 = U_1 - U_E$  であり、精製ゾーンにおける流体の流速  $U_3$  は濃縮ゾーン中の流体の流速  $U_2$  と原料溶液導入口から導入される原料溶液の流速  $U_F$  との和、すなわち  $U_3 = U_2 + U_F$  であり、吸着ゾーンにおける流体の流速  $U_1$  は精製ゾーン中の流体の流速  $U_3$  からラフィネート抜き出し口から抜き出されるラフィネートの流速  $U_{Ra}$  を引いた値、すなわち  $U_1 = U_3 - U_{Ra}$  である。

【0097】このように図1に示される擬似移動床式分離装置においては、たとえば第8カラム2h→リサイクルライン3a→第1～第8カラム2a～2hの順に流体が循環する循環流体流路が形成される。そして、一定時間間隔毎にロータリーバルブの切り換え操作により溶離液の供給位置、原料溶液の供給位置および各抜き出し位

置を溶媒の流通方向に単位カラム1基分だけ移動させる。

【0098】以上のような4種のゾーンにおけるエキストラクト成分およびラフィネート成分の濃度パターンを模式的に図9に示す。図9において斜線で示される山形の濃度分布はエキストラクト成分に関し、白抜きで示される山形の濃度分布はラフィネート成分に関する。

【0099】この図9に示されるように、第1カラム2aおよび第2カラム2bにより形成される脱着ゾーンにおいては、吸着成分または強吸着成分すなわちエキストラクト成分が充填剤から追い出されるのでエキストラクト成分の濃度が増加傾向にあり、第3カラム2cと第4カラム2dとにより形成される濃縮ゾーンでは、充填剤上に残存している弱吸着成分が追い出され、強吸着成分が濃縮され、第5カラム2eおよび第6カラム2fにより形成される精製ゾーンにおいては、充填剤に吸着容易な成分(強吸着成分)が吸着されるのでその濃度が減少傾向を示し、吸着困難な他の成分(弱吸着成分)がラフィネート分として溶離液と共に回収され、第7カラム2gおよび第8カラム2hにより形成される吸着ゾーンでは、循環する流体中のラフィネート成分が充填剤に吸着されることにより、ラフィネートを含まない実質的な溶離液が回収分として回収される。

【0100】この図9に示されるように、切り替え手段たとえばロータリーバルブにより導入口および抜き出し口を切り替えるごとに、濃度分布の山が流体の流通方向に移動していく。この濃度分布は運転条件のわずかな変動により影響を受けて変動する。

【0101】実際には、カラム中を流通する循環流体中の溶質の濃度分布の有様は図8に示されるようになる。この図8においては、濃度パターンが第3カラム2c～第5カラム2eでは平らになっているが、これは流体中の溶質の濃度値が濃度検出器の最大検出値を振りきった有様を示している。

【0102】図9に示されるような4種のゾーンにおいて示される濃度パターンが、溶離液導入口、エキストラクト抜き出し口、原料溶液導入口、ラフィネート抜き出し口をカラム1基分切り換えるごとに変化し(実際にはロータリバルブを切り換える毎に変化し)、その変化の有様として、各ゾーンにおけるエキストラクトおよびラフィネートの濃度分布の一例を、図9に示す。

【0103】この発明においては、具体的にはこの実施例においては、このような濃度分布の変動を、リアルタイムにモニターするために、循環流体流路を流通する液中の溶質の濃度を直接に測定し、濃度変化に応じてラフィネートおよびエキストラクトを効率的に抜き出す。

【0104】前記3基の濃度検出器6である第1UV検出器UV<sub>D1</sub>は、演算制御部CMPと、通信ケーブルで電氣的に接続されていて、前記第1UV検出器UV<sub>D1</sub>から出力される検出信号が演算制御部CMPに出力され

るようになっている。

【0105】この第1UV検出器UV<sub>D1</sub>からは、たとえば弱吸着成分の濃度に対応してたとえば電気信号が出力される。この電気信号は、切り替え手段たとえばロータリーバルブを一齐に切り替えた瞬間から次の切り替えまでの時間、すなわち、ステップタイムの初期を0とし、時間の経過と共に流体中の弱吸着成分の濃度が上昇するので時間の経過と信号強度(たとえば電圧、あるいは電流値)が上昇する。この電気信号の信号強度に対応する濃度の変化と時間の経過との関係を図10に示す。

【0106】この発明、特にこの実施例では、前記濃度検出器を使用して目的成分たとえばラフィネート成分の各ゾーンにおける濃度データを、予め取得しておく。この操作はしばしばランニング運転と称される。この予備的な濃度データは、ラフィネート成分の濃度既知の原料溶液(フィード)を長時間(たとえば濃度分布パターンが安定な山形になるまでの時間であり、たとえばサイクルタイムが50～100である。)この循環流体流路に流し続けることにより取得することができる。予備的な濃度データは演算制御部CMPにおけるメモリー等の記憶手段に格納される。

【0107】そして、分離すべき成分を含んだ原料溶液を用いてこの擬似移動床式分離装置の本運転を行う。

【0108】本運転においては、循環流体流路中に配置されている濃度検出器によりたとえば目的所望成分の濃度を検出するのであるが、たとえばラフィネート抜き出し口を切り替えたときのそのラフィネート抜き出し口付近における循環流体流路中の目的成分の濃度は、たとえば図11に示されるように、切り替え当初はほぼ実質的に0であり、時間の経過と共にその濃度が上昇していく。また、循環流体流路中に配置されている濃度検出器により、たとえばエキストラクト抜き出し口付近における循環流体流路中の目的成分の濃度も検出することができるのであるが、たとえばエキストラクト抜き出し口を切り替えたときのそのエキストラクト抜き出し口近傍の循環流体流路中の目的成分の濃度は、たとえば図12に示されるように、切り替え当初は最高濃度であり、時間の経過と共にその濃度が減少していく。

【0109】本運転においては、この濃度検出器から出力される電気信号(濃度データに対応する。)を入力する演算制御部CMPではスタートアップの初期から時間の経過と共に目的成分の濃度を監視しており、図10に示されるように、たとえばラフィネート抜き出し口近傍における弱吸着成分の濃度が最大値に対する所定の閾値たとえば10%になるまでの時間を測定する。また、エキストラクト抜き出し口近傍における強吸着成分の濃度については、ロータリーバルブ切り替えの時点では最大の濃度であり、時間の経過と共にその濃度が低下する。演算制御部CMPではスタートアップの初期からの時間経過を測定し、たとえばエキストラクト抜き出し口近傍

における目的成分の濃度が所定のセットポイントになるまでの時間を測定する。

【0110】本運転において濃度検出器により検出され、前記演算制御部CMPにより監視されるラフィネート抜き出し口近傍の目的成分の濃度パターンとして、たとえば図11に示されるように、時間 $T_1$ でセットポイントに達するパターン $A_1$ 、あるいは時間 $T_2$ でセットポイントに達するパターン $A_2$ で示す。一方、前記ランニング運転により演算制御部CMPに蓄積されたフィネートの標準的な濃度パターンが $A_3$ で示され、このパターン $A_3$ においては時間 $T_3$ でセットポイントに達する。なお、これらのパターンは仮想的である。

【0111】本運転において濃度検出器により検出され、前記演算制御部CMPにより監視されるラフィネート抜き出し口近傍での目的成分の濃度パターンが $A_1$ であるときには、標準パターン $A_3$ に補正するために、たとえば(1)デソベントポンプの流量を下げる、(2)リサイクルポンプの流量を下げる、等の操作を行って運転条件を変更する。また、ラフィネート抜き出し口近傍の目的成分の濃度パターンが $A_2$ であるときには、標準パターン $A_3$ に補正するために、たとえば(1)デソベントポンプの流量を上げる、(2)リサイクルポンプの流量を上げる、等の操作を行って運転条件を変更する。

【0112】エキストラクト抜き出し口近傍における目的成分の濃度についても同様であり、本運転において濃度検出器により検出され、前記演算制御部CMPにより監視されるエキストラクト抜き出し口近傍における目的成分の濃度パターンとして、たとえば図12に示されるように、時間 $T'_1$ でセットポイントに達するパターン $B_1$ 、あるいは時間 $T'_2$ でセットポイントに達するパターン $B_2$ で示す。一方、前記ランニング運転により演算制御部CMPに蓄積されたエキストラクトの標準的な濃度パターンが $B_3$ で示され、このパターン $B_3$ においては時間 $T'_3$ でセットポイントに達する。なお、これらのパターンは仮想的である。

【0113】本運転において濃度検出器により検出され、前記演算制御部CMPにより監視されるエキストラクト抜き出し口近傍での目的成分の濃度パターンが $B_1$ であるときには、標準パターン $B_3$ に補正するために、たとえば(1)デソベントポンプの流量を下げる、(2)リサイクルポンプの流量を下げる、等の操作を行って運転条件を変更する。また、エキストラクト抜き出し口近傍における目的成分の濃度パターンが $B_2$ であるときには、標準パターン $B_3$ に補正するために、たとえば(1)デソベントポンプの流量を上げる、(2)リサイクルポンプの流量を上げる、等の操作を行って運転条件を変更する。

【0114】この実施例においては、循環流体流路中に濃度検出器を配設する外に、エキストラクト抜き出し管7には、図3に示されるように、サンプリング手段11

を介して、濃度測定手段として、分離手段である第1分離カラム12、成分濃度測定手段である第2UV検出器 $UVD_2$ が設けられる。また、ラフィネート抜き出し管18には、サンプリング手段20を介して、濃度測定手段として、分離手段である第2分離カラム、および成分濃度測定手段である第3UV検出器が設けられる。

【0115】演算制御部CMPでは前記第2UV検出器 $UVD_2$ から出力される電気信号を入力して、たとえばエキストラクト抜き出し管7から抜き出されるエキストラクト中の各成分の濃度および純度を算出する。この場合、各成分の濃度は、予め標品を使用して作成された検量線に基づいて決定されることができ、純度は、決定された必要成分の濃度および不要成分の濃度から決定されることができる。たとえば、エキストラクトについては図5に示される面積値から濃度および純度がそれぞれ計算される。

【0116】ラフィネート抜き出し管18に設けられた濃度測定手段における第3UV検出器は、第2UV検出器 $UVD_2$ と同様の構成を有する。

【0117】ただし、第3UV検出器から出力される電気信号は、ラフィネート中の各成分の濃度に対応した電気信号が出力される。この電気信号は、ラフィネート抜き出し口を切り替えた瞬間から次の切り替えまでの時間、すなわち、ステップタイムの初期においては0であり、抜き出される液中のラフィネート中の成分の濃度が減少するので時間の経過と信号強度（たとえば電圧、あるいは電流値）が低下する。この有様は、図11から容易に理解される。この第3UV検出器からは電気信号である検出信号が演算制御部に出力される。

【0118】演算制御部においては、第1UV検出器 $UVD_1$ から出力される電気信号に基づいて、各導入口および各抜き出し口を一齐に切り替えた瞬間から次の切り替えまでの時間、すなわち、ステップタイムの初期を0とし、時間の経過と共に上昇する流体中の弱吸着成分の濃度を監視する。

【0119】演算制御部においては、第1UV検出器 $UVD_1$ により、各導入口および各抜き出し口を切り替える度にその配管3中を流通する流体中の成分の濃度を算出する。濃度は、既知の濃度の試料を同流速でUV検出器に導入し、濃度とUV検出器の出力との関係を予め調べておくことにより求めることができる。各導入口および各抜き出し口の切り替えにより、第1UV検出器 $UVD_1$ の手前の（上流側の）カラムが吸着ゾーン、精製ゾーン、濃縮ゾーンおよび脱着ゾーンを一巡すると、第1UV検出器 $UVD_1$ により前記全ゾーンに互る弱吸着成分および強吸着成分の濃度分布が算出される。

【0120】演算制御部においては、第2UV検出器 $UVD_2$ および第3UV検出器からの電気信号を入力し、第2UV検出器 $UVD_2$ から出力される検出信号に基づいてその波形面積からエキストラクトおよびラフィネー



ト中の成分の平均濃度が計算される。

【0121】濃度は、既知の濃度の試料を同流速でUV検出器に導入し、濃度とUV検出器の出力との関係を予め調べておくことにより求めることができる。また、エキストラクトおよびラフィネートの流量とUV検出器からの出力との関係についても、予め既知の濃度の試料を用いて測定しておくことが望ましい。なお、濃度や純度についての算出方法は、一般的なクロマトグラムの解析方法に準じて行われることができる。

【0122】この実施例に係る擬似移動床式分離装置においては、前記循環流体流路内に設置された第1 UV検出器UV D、により測定される循環流体流路内の成分の濃度が所定の閾値に達するまでの時間および前記ラフィネートおよびエキストラクトの純度に応じて、前記表1および表2に示される制御を行うための制御指令信号が演算制御部から出力される。なお、表1および表2に示される制御内容は、そのいずれか一種であっても良く、また二種以上であっても良い。

【0123】たとえばラフィネートについての測定結果の一例を図13に、エキストラクトについての測定結果の一例を図14に示す。

【0124】以上この発明の一実施例について説明したが、この発明は前記実施例に限定されるものではない。

【0125】(1) たとえば、カラムの本数は4の倍数すなわち4種のゾーンが形成されるようにカラムの本数が決定されることがあり、通常の場合、4〜24の内の4の倍数の本数のカラムが採用される。もっとも、循環流体流路を複数の相互に配管で連結されたカラムにより形成する場合、各ゾーンを構成するカラムの本数は、ゾーン毎に相違しても良い。

【0126】(2) 導入口および抜き出し口を切り替えるバルブはロータリーバルブに限らず、開閉バルブの組み合わせであっても良い。

【0127】(3) 成分濃度測定手段は、エキストラクトまたはラフィネート中の各成分を分離する分離手段を使用せずに、たとえばエキストラクト中の各成分を測定することのできる複数種類の濃度検出器の組み合わせであっても、また、複数の成分を同時に測定することのできる多波長分析装置を採用することもできる。

【0128】(4) 循環流体流路中で流体を強制的に一方40 向に向かって循環させるために、リサイクルポンプを使用する代わりに、圧力バランスを調整する調圧弁を利用しても良い。たとえば、溶離液導入口を通じて循環流体流路中にデソベントポンプを用いて所定の圧力をもって溶離液を圧入し、しかも原料溶液導入口を通じて循環流体流路中に原料溶液導入ポンプを用いて所定の圧力をもって原料溶液を圧入すると、エキストラクト抜き出し口およびラフィネート抜き出し口からはそこに設けられた調圧弁を調整するだけで、循環流体流路中を流通する流体の流速が調整される。

【0129】

【発明の効果】この発明によると、擬似移動床における各ゾーン中の濃度を正確にモニタリングすることのできる擬似移動床式分離装置を提供することができる。この発明によると、液体クロマトグラフ装置を取り扱うのと同程度に簡単な操作で運転することのできる擬似移動床式分離装置を提供することができる。この発明によると、不合格品を出さず、試料のロスが少なく、高い回収率で、生産性良く成分分離を行うことのできる擬似移動床式分離装置を提供することができる。この発明によると、装置の操業に熟練と勘を必要とせず、容易にかつ正確に操業することのできる擬似移動床式分離装置を提供することができる。

【0130】この発明によると、擬似移動床式分離装置における全カラムにより形成される擬似移動床中での成分の濃度分布を連続的に監視することができ、その成分の濃度分布に応じて最適運転条件を自動制御することのできる擬似移動床式分離装置を提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】図1は、この発明の擬似移動床式分離装置の一実施例を示す説明図である。

【図2】図2は、この発明の一実施例において、循環流体流路の一部をなすカラムとカラムとを連通する配管中に設けられた濃度検出器であるUV計を示す説明図である。

【図3】図3は、この発明の一実施例におけるエキストラクト抜き出し口から抜き出されたエキストラクト中の成分を分析する成分濃度測定手段を示す説明図である。

【図4】図4は、前記成分濃度測定手段の作用を示す説明図である。

【図5】図5は、エキストラクト抜き出し管から抜き出されたエキストラクト中の成分を分離手段により分離した状態を示す説明図であり、図中、時間軸に対する軸は強度を示し、濃度検出器により出力される電気信号の大きさを示す。

【図6】図6は、ラフィネート抜き出し管から抜き出されたラフィネート中の成分を分離手段により分離した状態を示す説明図であり、図中、時間軸に対する軸は強度を示し、濃度検出器により出力される電気信号の大きさを示す。

【図7】図7は、循環流体流路を形成するように直列に接続された8本のカラム内で形成される濃度のパターンを模式的に示す説明図である。

【図8】図8は、この発明の一実施例である擬似移動床式分離装置におけるカラムにより形成される各ゾーン中での溶質の濃度分布を示す想像説明図である。

【図9】図9は、循環流体流路を形成するように直列に接続された8本のカラム内で形成される濃度のパターンが導入口および抜き出し口の切り換え毎に変化する有様を模式的に示す説明図である。

【図10】図10は、ラフィネート抜き出し口を切り替えた瞬間から経時的に変化する濃度のパターンを示す説明図である。

【図11】図11は、ラフィネート抜き出し口を切り換えた瞬間から経時的に変化する濃度の各種パターンを示す説明図である。

【図12】図12は、エキストラクト抜き出し口を切り替えた瞬間から経時的に変化する濃度の各種パターンを示す説明図である。

【図13】図13は、ラフィネート中の成分の循環流体流路中における濃度変化およびラフィネート抜き出し口から抜き出されたラフィネート中の成分の純度変化を示すグラフである。

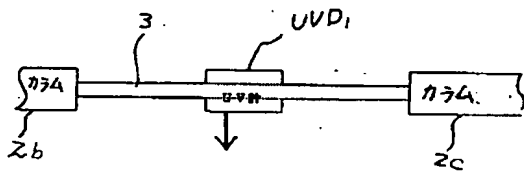
【図14】図14は、エキストラクト中の成分の循環流体流路中における濃度変化およびエキストラクト抜き出し口から抜き出されたエキストラクト中の成分の純度変化を示すグラフである。

【符号の説明】

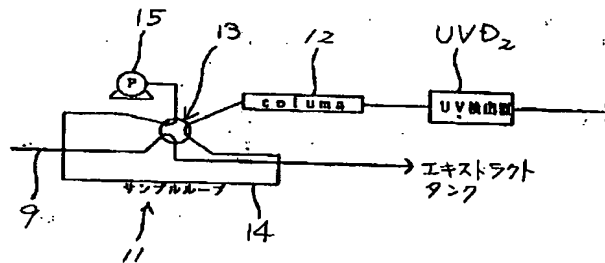
\*

\* 1・・・擬似移動床式分離装置、2a～2h・・・単位カラム、3・・・配管、3a・・・リサイクルライン、4・・・デソベントタンク、5・・・溶離液導入管、6・・・濃度検出器、7・・・エキストラクト抜き出し管、8・・・エキストラクトタンク、9・・・配管、10・・・目的成分濃度測定システム、11・・・サンプリング手段、12・・・第1分離カラム、13・・・六方切り換えバルブ、14・・・サンプリング管、15・・・ポンプ、16・・・フィードタンク、17・・・原料導入管、18・・・ラフィネート抜き出し管、19・・・ラフィネートタンク、20・・・六方切り換えバルブ、21・・・目的成分濃度測定システム、UVD<sub>1</sub>・・・第1UV検出器、UVD<sub>2</sub>・・・第2UV検出器、P1・・・デソベントポンプ、P2・・・原料溶液導入ポンプ、P3・・・ラフィネート抜き出しポンプ、P4・・・エキストラクト抜き出しポンプ、P5・・・リサイクルポンプ、CMP・・・演算制御部。

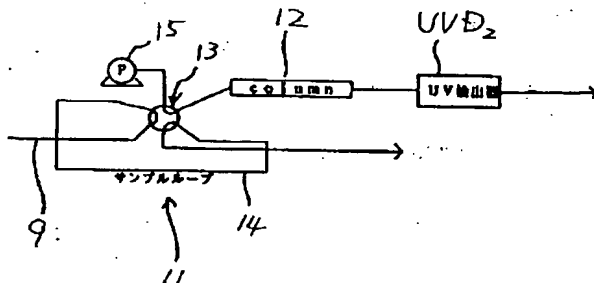
【図2】



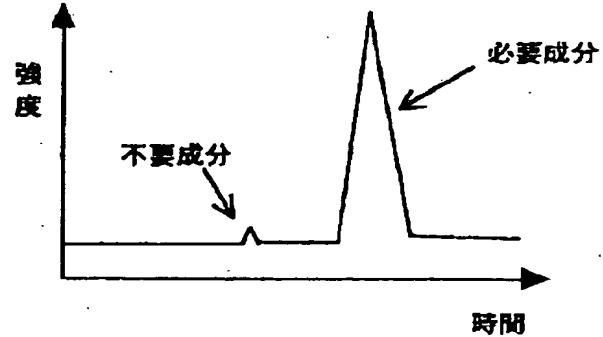
【図3】



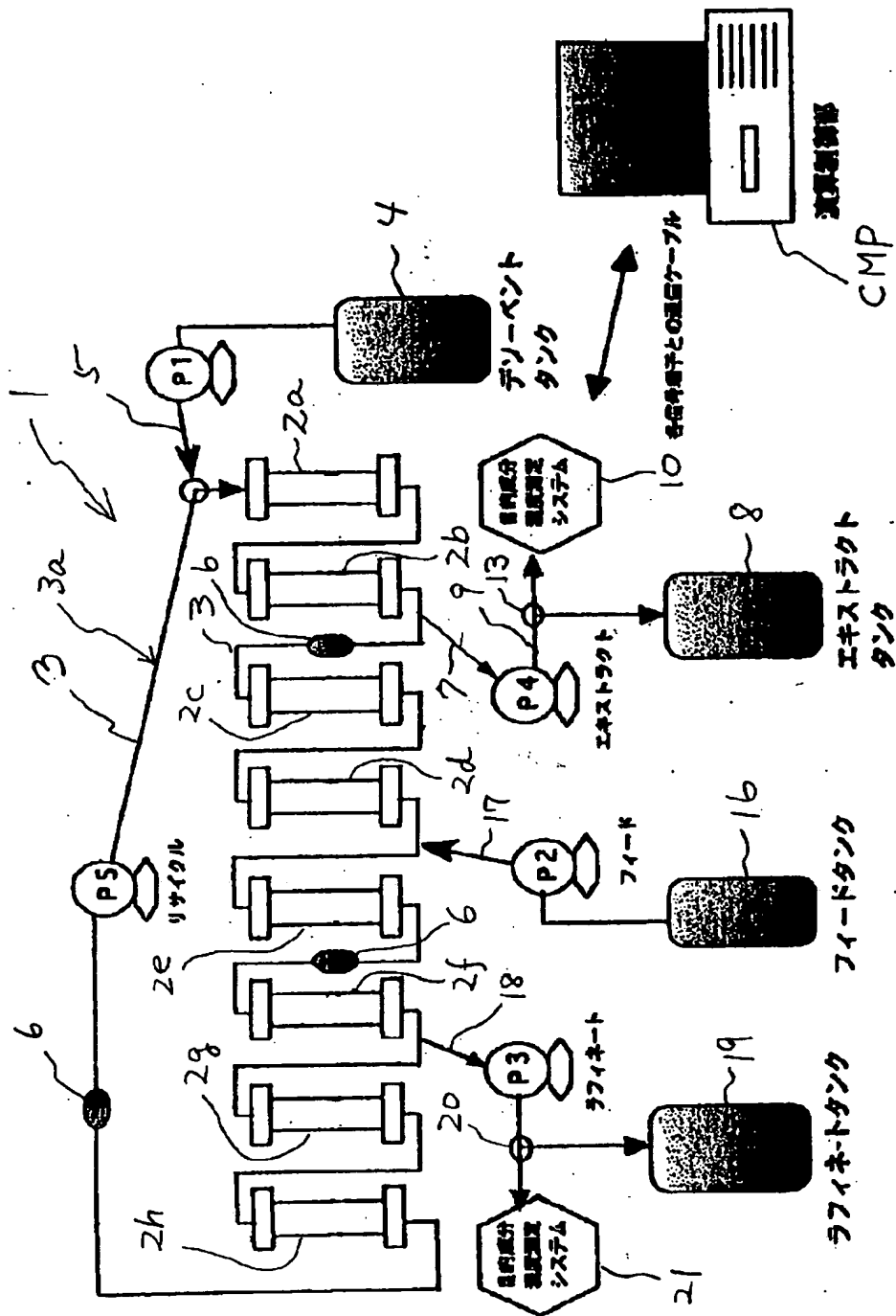
【図4】



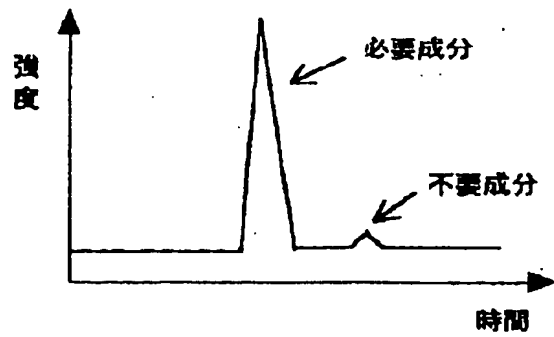
【図5】



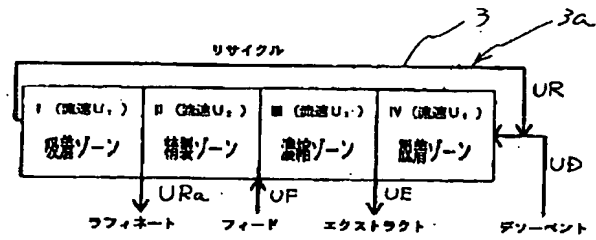
【図1】



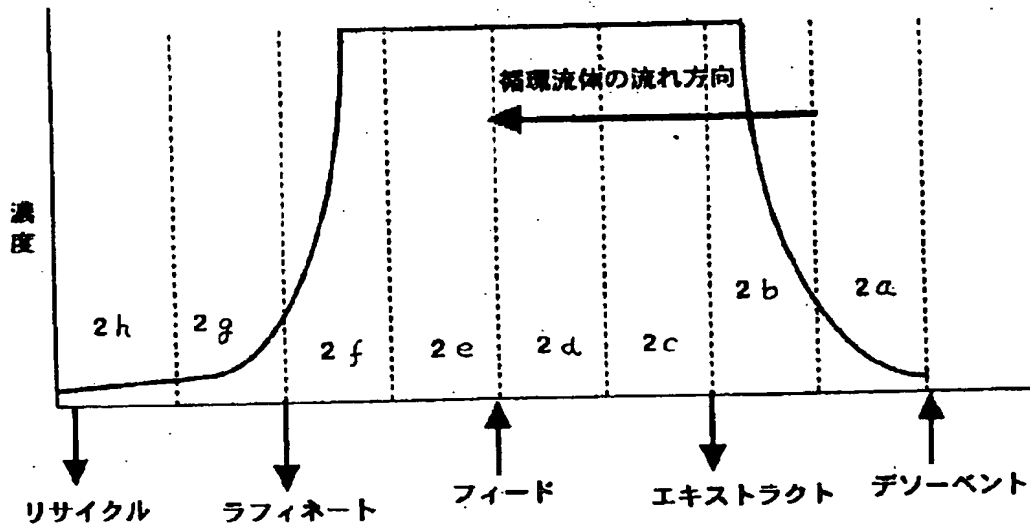
【図6】



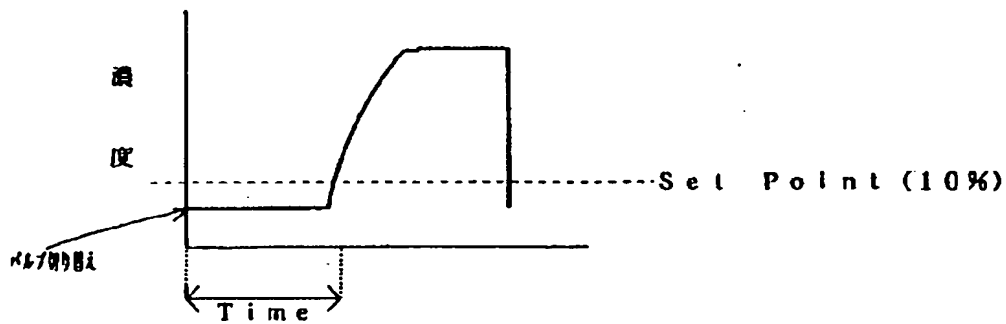
【図7】



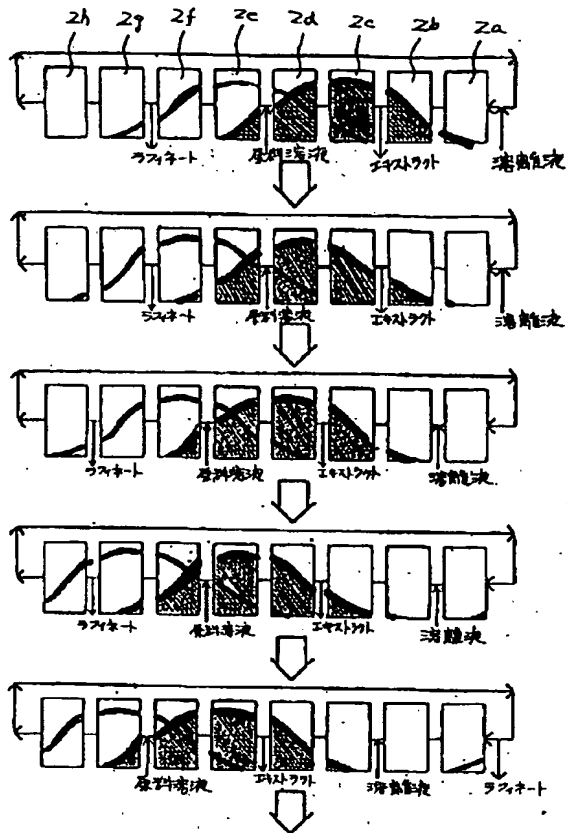
【図8】



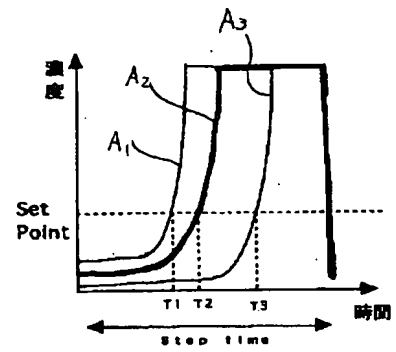
【図10】



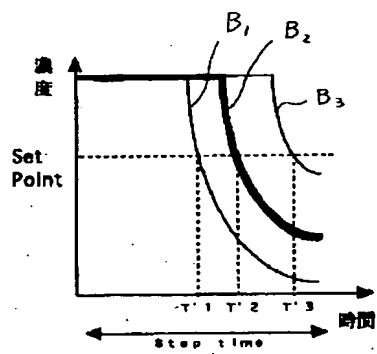
【図9】



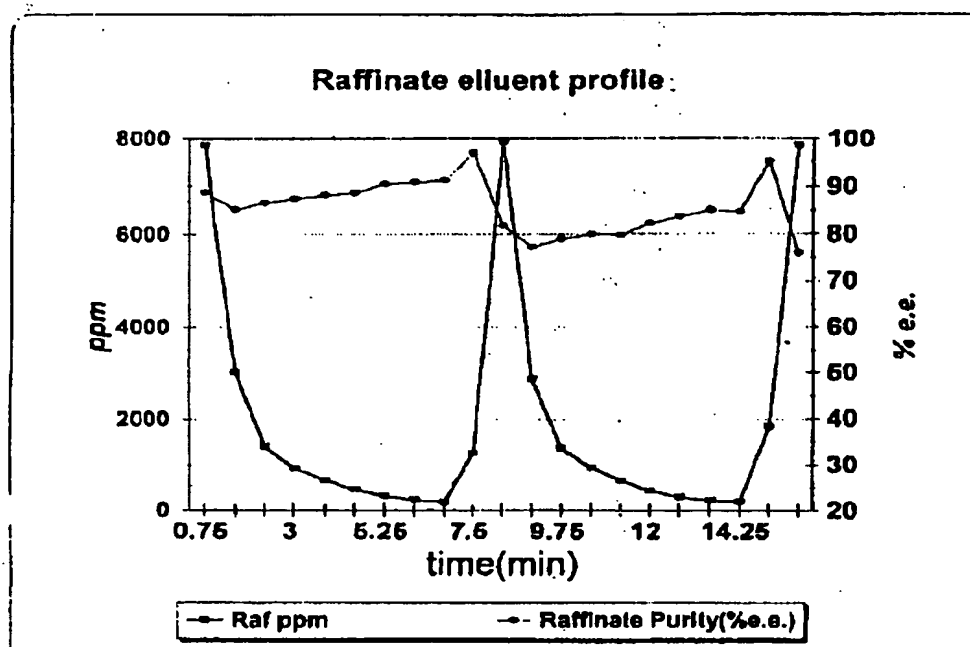
【図11】



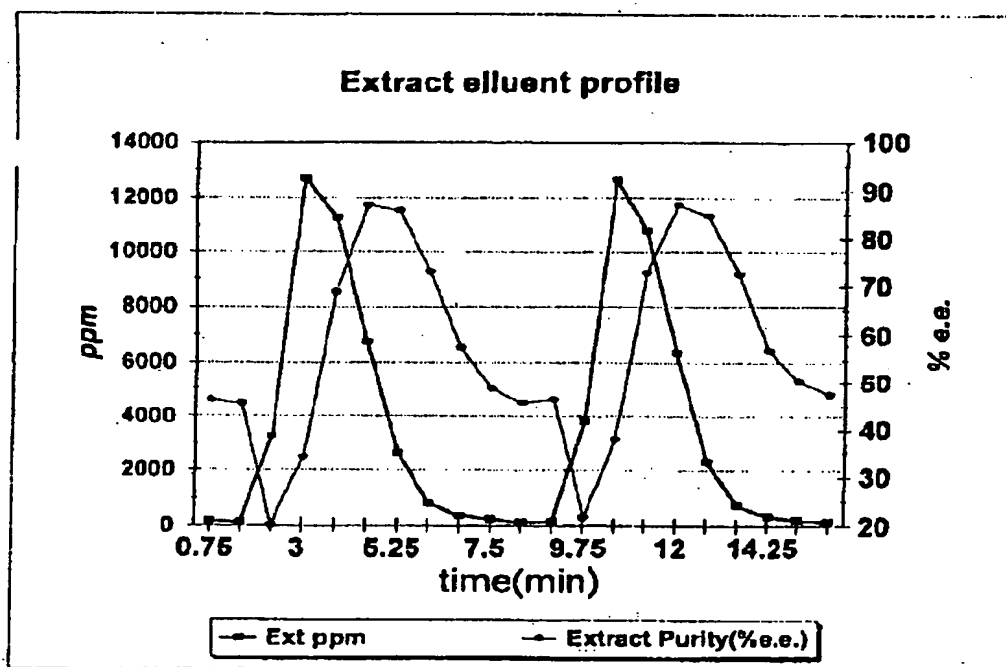
【図12】



【図13】



【図14】



**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ **BLACK BORDERS**
- ☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**
- ☐ **FADED TEXT OR DRAWING**
- ☒ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**
- ☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**
- ☐ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**
- ☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**
- ☒ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**
- ☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**
- ☐ **OTHER:** \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**